

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-253717

(43)Date of publication of application : 18.09.2001

(51)Int.Cl. C01G 49/00

C09C 1/36

(21)Application number : 2000-066722

(71)Applicant : TODA KOGYO CORP

(22)Date of filing : 10.03.2000

(72)Inventor : HAYASHI KAZUYUKI

MORII HIROKO

OSUGI MINEKO

OKUYAMA KIKUO

(54) METHOD FOR PRODUCING IRON-TITANIUM DOUBLE OXIDE PARTICULATE POWDER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing iron-titanium double oxide particulate powder by which spherical iron-titanium double oxide particulate powder excellent in dispersibility and blackness can be obtained.

SOLUTION: The iron-titanium double oxide particulate powder is produced by an atomization and thermal decomposition method using an emulsion containing an aqueous ferrous salt solution, a hydrolyzable organotitanium compound and an emulsifier as an atomizable and thermally decomposable solution.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

BEST AVAILABLE COPY

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-253717

(P2001-253717A)

(43)公開日 平成13年9月18日(2001.9.18)

(51)IntCl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード(参考)
C 0 1 G 49/00		C 0 1 G 49/00	A 4 G 0 0 2
C 0 9 C 1/36		C 0 9 C 1/36	4 J 0 3 7

審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願2000-66722(P2000-66722)

(22)出願日 平成12年3月10日(2000.3.10)

(71)出願人 000166443

戸田工業株式会社

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号

(72)発明者 林 一之

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号

戸田工業株式会社創造センター内

(72)発明者 森井 弘子

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号

戸田工業株式会社創造センター内

(72)発明者 大杉 峰子

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号

戸田工業株式会社創造センター内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の製造法

(57)【要約】

【課題】 本発明は、分散性及び黒色度に優れた球状の鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を得ることができる鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の製造法に関するものである。

【解決手段】 鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の製造法とは、第一鉄塩水溶液、加水分解性有機チタン化合物及び乳化剤を含有するエマルジョンを噴霧熱分解溶液として用いて噴霧熱分解法により鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を得る鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の製造法である。

BEST AVAILABLE COPY

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 第一鉄塩水溶液、加水分解性有機チタン化合物及び乳化剤を含有するエマルジョンを噴霧熱分解溶液として用いて噴霧熱分解法により鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を得ることを特徴とする鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の製造法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、分散性及び黒色度に優れた球状の鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を得ることが10 できる鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の製造法に関するものである。

## 【0002】

【従来技術】黒色の鉄-チタン複合酸化物粒子粉末は、黒色顔料として知られており、塗料、印刷インキ、プラスチック、フィルム及び化粧品等の着色剤として、多くの用途を持つものであり、その製造法としては、水熱処理によるイルメナイトの製造法（特開平1-298028号公報）や加熱焼成によるイルメナイト及びシュードブルッカイトの製造法（特開平3-2276号公報）等が知られている。20

【0003】現在、球状粒子粉末を製造する方法として、噴霧熱分解法が知られている。

【0004】噴霧熱分解法とは、原料溶液をノズルや超音波によって噴霧して微小液滴とし、該微小液滴の溶媒の蒸発及び熱分解により目的の粒子粉末を得る製造法である。

【0005】従来、噴霧熱分解法によって $TiO_2$ 粉末を得る場合には、噴霧熱分解溶液のチタン原料としては $TiCl_4$ 、 $TiCl_3$ 、 $TiOSO_4$ 、加水分解性有機チタン化合物及び $Ti(OH)_4$ 又は $TiO_2$ を硝酸や過酸化水素水を用いて錯体化して用いる方法が知られている（特開平11-236607号公報、特開平11-349330号公報等）。30

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】分散性及び黒色度に優れた球状の鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を噴霧熱分解法によって製造することは現在最も要求されているところであるが、未だ得られていない。

【0007】即ち、前記特開平1-298028号公報や特開平3-2276号公報に記載の方法では、得られる鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の粒子形状は粒状であり、分散性が十分とはいえないものである。40

【0008】また、噴霧熱分解溶液のチタン原料として $TiCl_4$ 、 $TiCl_3$ を用いた場合には、得られた鉄-チタン複合酸化物粒子粉末は $Cl^-$ を不純物として含んでおり、 $TiOSO_4$ を用いた場合には、加水分解を起こしやすく、不安定であるとともに、得られた鉄-チタン複合酸化物粒子粉末は $SO_4^{2-}$ を不純物として含んでおり、不純物の少ない鉄-チタン複合酸化物粒子粉50

末を得ることができない。一方、加水分解性の有機チタン化合物をそのまま用いた場合には、加水分解を起こして沈殿物を生成するため、ノズルが詰まりやすく、また、均一な組成を有する鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を得ることが困難となる。

【0009】また、前記特開平11-236607号公報、特開平11-349330号公報に記載の噴霧熱分解法では、 $TiO_2$ の出発原料として加水分解性有機チタンを一度加水分解し、得られた $TiO_2$ を錯体化して用いており、工業的とはいえないものである。

【0010】そこで、本発明は、分散性及び黒色度に優れた球状の鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を噴霧熱分解法によって工業的に製造することを技術的課題とする。

## 【0011】

【課題を解決する為の手段】前記技術的課題は、次の通りの本発明によって達成できる。

【0012】即ち、本発明は、第一鉄塩水溶液、加水分解性有機チタン化合物及び乳化剤を含有するエマルジョンを噴霧熱分解溶液として用いて噴霧熱分解法により鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を得ることを特徴とする鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の製造法である。

【0013】本発明の構成を詳述すれば、次の通りである。

【0014】本発明に用いる噴霧熱分解溶液は、第一鉄塩水溶液、加水分解性有機チタン化合物及び乳化剤を含有するエマルジョンを用いる。

【0015】第一鉄塩水溶液としては、硝酸第一鉄水溶液、硫酸第一鉄水溶液、塩化第一鉄水溶液等を用いることができるが、得られる鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の純度を考慮した場合、硝酸第一鉄水溶液が好ましい。

【0016】加水分解性有機チタン化合物としては、下記化1に示すチタンテトラアルコキシド又は化2に示すチタンクロロアルコキシド等を用いることができるが、得られる鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の純度を考慮した場合、好ましくはチタンテトラアルコキシドであり、チタンテトライソプロポキシド（TTIP）及びチタンテトラノルマルプロポキシドがより好ましい。

## 【0017】

【化1】 $Ti(OR)_4$

R： $C_1 \sim C_4$ のアルキル基

## 【0018】

【化2】 $TiCl_3(OR)_2$

R： $C_1 \sim C_4$ のアルキル基

n：1又は2

【0019】乳化剤としては、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤及び両性界面活性剤等の乳化能を持つ各種界面活性剤を用いることができる。得られる鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の純度を考慮すると、カルボン酸型両性界面活性剤、非イオン性界面活性剤等の構成元素中にアルカリ金属やS O

、 $^{2-}$ 、P等を含まないものが好ましく、HLBが8～18の非イオン性界面活性剤がより好ましい。

【0020】乳化剤の添加量は、加水分解性有機チタン化合物に対して0.5～20重量%が好ましい。

【0021】乳化剤の添加量が0.5重量%未満の場合には、加水分解性有機チタン化合物に対する乳化剤の量が少なすぎるため、加水分解性有機チタン化合物の加水分解を抑制することができず、均一な組成を有する鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を得ることが困難となる。20重量%を超える場合には、加水分解抑制効果が飽和し

ており必要以上に添加する意味がない。加水分解性有機チタン化合物の加水分解抑制効果及び工業的生産性を考慮すれば、乳化剤の添加量は加水分解性有機チタン化合物に対して、1～10重量%がより好ましい。

【0022】噴霧熱分解溶液は、(1)乳化剤を添加した水溶液を、ホモミクサーを用いて攪拌しながら加水分解性有機チタン化合物を滴下してエマルジョン溶液とした後、あらかじめ作製しておいた第一鉄塩水溶液と加水分解性有機チタン化合物のエマルジョン溶液とを混合することにより作製する方法、又は、(2)第一鉄塩水溶液に乳化剤を添加して、ホモミクサーを用いて攪拌しながら加水分解性有機チタン化合物を滴下してエマルジョン溶液とすることにより作製する方法によって作製することができる。

【0023】第一鉄塩溶液と加水分解性有機チタン化合物の混合割合は、目的とする化合物に合わせて変化させればよいが、モル比で $Fe/Ti = 10/90 \sim 90/10$ が好ましい。得られる鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の黒色度を考慮した場合、 $Fe/Ti = 20/80 \sim 80/20$ が好ましく、より好ましくは $Fe/Ti = 30/70 \sim 70/30$ である。

【0024】噴霧熱分解溶液の濃度は、原料溶液中に鉄とチタンの合計で0.001～0.5mol/lが好ましい。0.001mol/l未満の場合には、得られる鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の粒子サイズが小さくなりすぎるため好ましくない。0.5mol/lを超える場合には、粒子サイズが大きくなり、粒度分布が悪くなる傾向にあるので好ましくない。より好ましくは0.005～0.4mol/lである。

【0025】噴霧熱分解法では、噴霧した液滴径に依存して得られる鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の粒子径が変化するため、液滴の大きさが均一になるように噴霧する。具体的には、2流体ノズル、超音波又は静電気等の方法によって液滴をつくることができ、好ましくは超音波によって噴霧する方法である。

【0026】得られた液滴は、キャリアガスによって加熱炉中に噴霧される。キャリアガスの種類は不活性ガスであれば特に限定されるものではなく、好ましくは窒素である。キャリアガスの流速は1.0～10cm/secが好ましい。

【0027】加熱炉は、5段以上設けることが好ましく、3段以降で最高温度に達するように温度勾配を持たせることが好ましい。1段から高温で加熱した場合には、急激な反応が生じるため緻密な粒子粉末を得ることが困難となる。加熱炉の温度は、具体的には1段目が200～400℃であり、2段目が450～650℃、3段目以降が750～1000℃とすることが好ましい。

【0028】また、加熱炉の1段の長さLと炉芯管の直径Dの比 $L/D$ は5以上であることが好ましい。 $L/D$ が5未満の場合には、1つの加熱炉に滞留する時間が短くなるため得られる鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の粒度分布が悪くなる。工業的な生産性を考慮した場合、 $L/D$ の上限値は50である。

【0029】熱分解が終了した鉄-チタン複合酸化物粒子粉末は、電気集じん機等によって集めることができる。

【0030】得られた鉄-チタン複合酸化物粒子粉末は、球状を呈し、平均粒子径が0.01～1.0 $\mu m$ 、好ましくは0.05～0.8 $\mu m$ であり、粒度分布が2.0以下、好ましくは1.8以下であり、BET比表面積値が1～100m<sup>2</sup>/g、好ましくは1.5～80m<sup>2</sup>/gであって、密度が3.3～4.3g/cm<sup>3</sup>である。また、黒色度 $L^*$ 値は上限値が20であり、好ましくは19.5であり、結晶性は4000以上が好ましい。

【0031】

【発明の実施の形態】本発明の代表的な実施の形態は、次の通りである。

【0032】粒子粉末の平均粒子径は、電子顕微鏡写真(×10,000)を縦方向及び横方向にそれぞれ4倍に拡大した写真に示される粒子約350個について、粒子径を測定し、その平均値で示した。

【0033】粒子粉末の粒子径の幾何標準偏差値は下記の方法により求めた値で示した。即ち、前記拡大写真に示される粒子の粒子径を測定した値を、その測定値から計算して求めた粒子の実際の粒子径と個数から、統計学的手法に従って、対数正規確率紙上の横軸に粒子径を、縦軸に所定の粒子径区間のそれぞれに属する粒子の累積個数(積算フルイ下)を百分率でプロットした。そしてこのグラフから粒子の累積個数が50%及び84.13%のそれぞれに相当する粒子径の値を読み取り、幾何標準偏差値=(積算フルイ下84.13%における粒子径)/(積算フルイ下50%における粒子径(幾何平均径))に従って算出した値で示した。幾何標準偏差値が1に近いほど、粒子の粒子径の粒度が優れていることを意味する。

【0034】比表面積値はBET法により測定した値で示した。

【0035】粒子に含有されているFe量及びTi量は、「蛍光X線分析装置3063M型」(理学電機工業

(株)製)を使用し、JIS K0119の「けい光X線分析通則」に従って測定した。

【0036】粉体の密度は、「マルチボリューム 密度計 1305型」(マイクロメリティクス社製)を用いて求めた。

【0037】鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の黒色度は、試料0.5gとヒマシ油0.7mlとをフーバー式マラーで練ってペースト状とし、このペーストにクリアラッカー4.5gを加え、混練、塗料化してキャストコート紙上に150 $\mu$ m(6mil)のアブリケーターを用いて塗布した塗布片(塗膜厚み:約30 $\mu$ m)を作製し、該塗料片について、「ポータブル分光色彩計 カラーガイド45/0」(ピクケミー・ジャパン(株)製)を用いてJIS Z 8729に定めるところに従って表色指数L\*値を測定した値で示した。

【0038】鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の結晶性は、「X線回折装置 RAD-11A」(理学電機工業(株)製)(管球:Fe)を使用し、2 $\theta$ が3~105°の範囲で測定し、得られた最強線のピーク強度で示した。

【0039】塗料粘度については、後述する処方によって調製した塗料の25℃における塗料粘度をE型粘度計(コーンプレート型粘度計)EMD-R(株)東京計器製)を用いて、ずり速度D=1.92 sec<sup>-1</sup>における値を求めた。

【0040】鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を用いた塗料の黒色度は、後述組成の塗料を塗布して得られた塗布膜について、「ポータブル分光色彩計 カラーガイド45/0」(ピクケミー・ジャパン(株)製)を用いてJIS Z 8729に定めるところに従って表色指数L\*値を測定した値で示した。

【0041】塗布膜の光沢度は、上記測定用塗布片を「グロスメーター UGV-5D」(スガ試験機(株)製)を用いて入射角60°の時の光沢度で示した。光沢度が高いほど、鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を配合した塗料の分散性が優れていることを示す。

【0042】<鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の製造>水に硝酸第一鉄を溶解し0.08mol/lの水溶液とした。別に、水にチタンテトライソプロポキシド(TTIP)と非イオン界面活性剤(ポリオキシエチレンノニ\*40

鉄-チタン複合酸化物粒子粉末:

アミノアルキッド樹脂:

(アミラックNo. 1026:関西ペイント(株)製)

シンナー:

【0050】上記ミルベースを用いて、下記割合となるようにアミノアルキッド樹脂を配合し、ペイントシェーカーで更に15分間混合分散して、鉄-チタン複合酸化\*

ミルベース:

アミノアルキッド樹脂:

(アミラックNo. 1026:関西ペイント(株)製)

\*ルフェニルエーテル、エマルゲン910(商品名):花王株式会社)を加えホモミクサー(特殊機化工業(株)製)を用いて激しく攪拌混合し、0.08mol/lのエマルジョン溶液を用意した。これらを攪拌しながら同量の両溶液を徐々に混合し、Fe/Ti比が1.0のエマルジョン溶液を作製した。

【0043】上記エマルジョン溶液500mlを分取し、超音波型噴霧器に入れた。超音波強度を50mWとし、エマルジョン溶液の液面から、エアロゾルが発生していることを確認した後、キャリアガスとして窒素を使用し、管内の流速が5cm/secになるように、セラミック製加熱管に導入した。尚、用いた加熱炉のL/Dは30であった。

【0044】加熱炉の一段目から五段目までの加熱温度をそれぞれ300℃、600℃、800℃、800℃、800℃とし、エアロゾル中の溶剤を徐々に蒸発させた後、熱処理を行って、エアロゾル中で熱分解反応を生じさせた。

【0045】加熱炉出口に電気集塵器を設置して粒子を捕集した。このとき集塵機入口のエアロゾルに対し、直流5000Vの電圧によるコロナ放電処理を行い、強制的に荷電させて、電気集塵器での捕集効率を高めた。

【0046】得られた粒子粉末は球状を呈しており、平均粒子径が0.51 $\mu$ m、幾何標準偏差が1.52、BET比表面積値が7.0m<sup>2</sup>/g、Fe/Ti比が1.01、結晶性が8800、黒色度L\*値が18.0であった。

【0047】図1に、上記で得られた球状鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の電子顕微鏡写真(30,000倍)を示す。該写真により真球状粒子が得られていることが確認できる。

【0048】使用例

<溶剤系塗料の製造>上記で得られた鉄-チタン複合酸化物粒子粉末10gとアミノアルキッド樹脂及びシンナーとを下記割合で配合して3mm $\phi$ ガラスビーズ90gとともに140mlのガラスビンに添加し、次いで、ペイントシェーカーで90分間混合分散し、ミルベースを作製した。

【0049】

12.2重量部、

19.5重量部、

(アミラックNo. 1026:関西ペイント(株)製)

7.3重量部。

※粒子粉末を含む溶剤系塗料を得た。

【0051】

39.0重量部、

61.0重量部。

【0052】得られた溶剤系塗料の塗料粘度は2,301cPであった。

【0053】次いで、上記溶剤系塗料をキャストコート紙上に150 $\mu$ m(6mil)のアプリーターを用いて塗布した塗布膜(塗膜厚み:約30 $\mu$ m)の光沢度は97%であり、黒色度L\*値は18.1であった。

【0054】

【作用】本発明において最も重量な点は、第一鉄塩水溶液、加水分解性有機チタン化合物及び乳化剤を含むエマルジョンを噴霧熱分解溶液として用いることによって、分散性及び黒色度に優れ、球状の鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を得ることができるという事実である。

【0055】従来、噴霧熱分解法のチタン塩水溶液としては、TiCl<sub>4</sub>、TiCl<sub>3</sub>及びTiOSO<sub>4</sub>が用いられてきたが、TiCl<sub>4</sub>、TiCl<sub>3</sub>を出発原料として用いた場合には、得られた鉄-チタン複合酸化物粒子粉末はCl<sup>-</sup>を不純物として含んでおり、TiOSO<sub>4</sub>を用いた場合には加水分解を起こしやすく、不安定であるとともに、得られた鉄-チタン複合酸化物粒子粉末はSO<sub>4</sub><sup>2-</sup>を不純物として含んでおり、不純物の少ない鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を得ることができなかった。また、加水分解性の有機チタン化合物を用いた場合には、加水分解を起こして沈殿物を生成するため、ノズルが詰まりやすく、また、均一な組成を有する鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を得ることが困難であるため、一度加水分解させた後、H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>等を用いて錯体を作製して用いるなど、工業的に問題があった。

【0056】そこで、本発明においては、チタン塩溶液としてCl<sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>などを含有しない加水分解性\*

\*有機チタン化合物を選択し、また、加水分解性有機チタン化合物の加水分解反応を抑制するために乳化剤を添加しエマルジョン溶液とすることによって、噴霧熱分解溶液として沈殿を生じない溶液を作成することができた。

【0057】また、本発明においては、加熱炉の段数を多くして温度調節をより厳密に行い、更に、加熱炉の3段以降で最高温度になるように温度調節することによって、球状粒子で粒度分布及び分散性に優れた粒子粉末を得ることができたものと推測している。

【0058】

【実施例】次に、実施例並びに比較例を挙げる。

【0059】実施例1~4、比較例1、2、参考例1、2：出発原料の種類及び濃度、原料混合比、乳化剤の種類及び添加量、原料混合比、キャリアガスの種類及び流速、加熱炉の温度及びL/Dを種々変化させた以外は、前記発明の実施の形態と同様にして鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を得た。

【0060】このときの製造条件を表1に、得られた鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の諸特性を表2に示す。

【0061】尚、チタン原料のTTIPはチタンテトライソプロポキシドを表し、乳化剤の種類Aは非イオン性界面活性剤(ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、エマルゲン910(商品名):花王株式会社)であり、Bは非イオン性界面活性剤(ポリオキシエチレンアルコール、エマルミン180(商品名):三洋化成工業株式会社)を表す。

【0062】

【表1】

実施例 比較例 及び 参考例	出発原料の種類			乳化剤		原料 混合比 Fe/Ti	鉄-チタン複合酸化物製造条件								
	鉄 原料	チタン 原料	濃度 (Fe+Ti) (mol/l)	種類	添加量 (重量%)		キャリアガス		加熱炉の温度					L/D	
							種類	流速 (cm/sec)	1段 (℃)	2段 (℃)	3段 (℃)	4段 (℃)	5段 (℃)		(-)
実施例 1	硫酸鉄	TTIP	0.16	A	2.0	1.00	窒素	5.0	300	550	850	850	850	30	
" 2	"	"	0.10	A	5.0	1.00	"	5.0	250	500	750	750	750	50	
" 3	"	"	0.12	B	1.0	2.00	"	7.5	250	550	750	750	800	20	
" 4	"	"	0.15	B	3.0	1.00	"	10.0	200	500	800	800	800	30	
比較例 1	"	"	0.15	—	—	1.00	"	5.0	300	550	750	750	750	30	
参考例 1	"	"	0.15	A	0.1	1.00	"	5.0	300	550	700	700	700	10	
" 2	"	"	0.15	A	1.0	1.00	"	5.0	800	800	800	800	800	30	

【0063】

【表2】

実施例 比較例 及び 参考例	鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の特性							
	形状	平均 粒子径	幾何標準 偏差値	BET比 表面積値	密度	組成比 (Fe/Ti)	結晶性	黒色度
		( $\mu\text{m}$ )	(-)	( $\text{m}^2/\text{g}$ )	( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	(-)	(-)	L*値 (-)
実施例 1	球状	0.60	1.56	6.8	4.09	1.03	8600	18.2
" 2	球状	0.45	1.61	7.5	4.16	0.98	8300	18.0
" 3	球状	0.54	1.53	9.1	3.96	1.98	8000	18.0
" 4	球状	0.58	1.50	7.3	4.14	1.01	8800	18.3
比較例 1	不定形	0.70	2.28	5.6	3.03	0.48	4600	28.3
" 2	粒状	0.08	2.01	21.3	4.13	1.03	8600	20.5
参考例 1	球状	0.60	2.11	6.3	3.71	0.56	5000	22.1
" 2	球状	0.65	1.96	5.1	1.71	1.01	7200	23.1

【0064】比較例2（特開平1-298028号公報  
実施例1の方法で得た鉄-チタン複合酸化物粒子粉  
末）

$\text{FeSO}_4$  0.2mol、 $\text{TiCl}_3$  0.2mol  
と $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0.55molとを混合して全容量を  
300mlとしたpH8.3のアルカリ性 $\text{Fe}(\text{OH})_2$   
懸濁液をオートクレープに投入した後、200℃まで  
加熱し、機械的に攪拌しつつこの温度で5時間保持し、  
黒色沈殿を生成させた。室温まで冷却後、黒色沈殿を常  
法によりろ別、水洗、乾燥して鉄-チタン複合酸化物粒\*

＊子粉末を得た。

【0065】得られた鉄-チタン複合酸化物粒子粉末の  
諸特性を表2に示す。

【0066】使用例1～4、比較使用例1、2、参考使  
用例1、2：表2に示した諸特性を有する鉄-チタン複  
合酸化物粒子粉末を用いて前記発明の実施の形態と同様  
にして塗料を得た。このときの製造条件及び得られた塗  
膜の諸特性を表3に示す。

【0067】

【表3】

使用例 比較使用例 及び 参考使用例	溶剤系塗料の製造		塗料特性 粘度	塗膜の特性	
	鉄-チタン 複合酸化物 粒子の種類	樹脂の種類		光沢度	黒色度
			(cP)	(%)	L*値 (-)
使用例 1	実施例 1	アミノアルキッド樹脂	2,162	89	18.6
" 2	" 2	アミノアルキッド樹脂	1,834	91	18.3
" 3	" 3	アミノアルキッド樹脂	1,960	88	18.5
" 4	" 4	アミノアルキッド樹脂	2,132	86	19.1
比較使用例 1	比較例 1	アミノアルキッド樹脂	3,363	63	29.6
" 2	" 2	アミノアルキッド樹脂	2,206	76	21.6
参考使用例 1	参考例 1	アミノアルキッド樹脂	2,804	73	23.0
" 2	" 2	アミノアルキッド樹脂	3,864	66	24.0

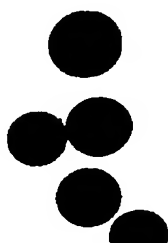
【0068】

【発明の効果】本発明によれば、分散性及び黒色度に優  
れた球状の鉄-チタン複合酸化物粒子粉末を工業的に容  
易に得ることができる。

※【図面の簡単な説明】

【図1】発明の実施の形態で得られた鉄-チタン複合酸  
化物粒子粉末の粒子形状を示す透過型電子顕微鏡写真  
(30,000倍)

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 奥山 喜久夫  
広島県東広島市鏡山 1 丁目 4 番 1 号広島大  
学工学部内

F ターム(参考) 4G002 AA06 AB07 AD04 AE01  
4J037 AA14 AA21 DD05 DD24 EE15  
EE26 EE47 FF05 FF15

BEST AVAILABLE COPY